

PROCESS FOR SEPARATING MEDIUM BOILING SUBSTANCES FROM A MIXTURE OF LOW, MEDIUM AND HIGH BOILING SUBSTANCES

Patent number: JP2000510385T

Publication date: 2000-08-15

Inventor:

Applicant:

Classification:



- international: **B01D3/14; B01D3/38; C01B21/14; B01D3/14; B01D3/34; C01B21/00; (IPC1-7): B01D3/38; B01D1/28; C01B21/14**

- european: **B01D3/14B2; B01D3/38; C01B21/14B8; C01B21/14F; C01B21/14H**

Application number: JP19970522523T 19961220

Priority number(s): DE19951047758 19951220; WO1996EP05772 19961220; US19960688281 19960729

Also published as:

 WO9722551 (A1)
 WO9722550 (A1)
 EP0868399 (A1)
 EP0868398 (A1)
 BR9612073 (A)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for JP2000510385T

Abstract of corresponding document: **WO9722550**

A process is disclosed for separating a fraction which contains low and medium boiling substances from a mixture of low, medium and high boiling substances. The mixture is treated at the bottom of the distillation column with low boiling vapour, enriching the low boiling vapour with medium boiling substances which can then be extracted at the temperature level of the low boiling substance.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号
特表2000-510385
(P2000-510385A)

(43)公表日 平成12年8月15日(2000.8.15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
B 0 1 D 3/38		B 0 1 D 3/38	
1/28		1/28	
C 0 1 B 21/14		C 0 1 B 21/14	Z

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 18 頁)

(21)出願番号	特願平9-522523
(86)(22)出願日	平成8年12月20日(1996.12.20)
(85)翻訳文提出日	平成10年6月22日(1998.6.22)
(86)国際出願番号	P C T / E P 9 6 / 0 5 7 7 2
(87)国際公開番号	W O 9 7 / 2 2 5 5 0
(87)国際公開日	平成9年6月26日(1997.6.26)
(31)優先権主張番号	1 9 5 4 7 7 5 8 . 8
(32)優先日	平成7年12月20日(1995.12.20)
(33)優先権主張国	ドイツ (D E)
(31)優先権主張番号	0 8 / 6 8 8 , 2 8 1
(32)優先日	平成8年7月29日(1996.7.29)
(33)優先権主張国	米国 (U S)

(71)出願人	ビーエーエスエフ アクチエンゲゼルシャ フト ドイツ連邦共和国 ルートヴィッヒスハー フェン カールーボッシュューストラーセ 38
(72)発明者	オットー ヴァッツェンベルガー ドイツ連邦共和国 ルートヴィッヒスハー フェン ダンツィガー ブラッツ 18
(74)代理人	弁理士 矢野 敏雄 (外3名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる混合物からの中沸点物の分離方法

(57)【要約】

本発明は、低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる混合物から低沸点物および中沸点物を含有する画分を分離する方法に関するものであり、この場合この混合物は塔内で塔底部中で低沸点物の蒸気で処理され、したがって中沸点物は、低沸点物の蒸気中で含量が増大され、かつ低沸点物の温度水準で取得されることができる。

【特許請求の範囲】

1. 低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる均質混合物 (L, M, H混合物) から低沸点物および中沸点物を含有する画分 (L, M画分) を分離する方法において、L, M, H混合物を塔内で塔底部中で低沸点物の蒸気で処理し、かつL, M画分とL, H画分とに分離することを特徴とする、低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる均質混合物 (L, M, H混合物) から低沸点物および中沸点物を含有する画分 (L, M画分) を分離する方法。

2. L, M, H混合物を塔の塔底部内への低沸点物の蒸気の導入によって処理する、請求項1記載の方法。

3. 処理を対向流で行なう、請求項1または2に記載の方法。

4. 塔としてストリップング塔を使用する、請求項1から3までのいずれか1項に記載の方法。

5. L, M画分を導出棚段の高さまたはそれよりも上方で、殊に塔の塔頂部を介して取出す、請求項1から4までのいずれか1項に記載の方法。

6. L, M画分を濃縮塔内に導入し、この濃縮塔内で低沸点物の分離を行ない、したがって中沸点物の含量に富んだL, M画分を得る、請求項1から5までのいずれか1項に記載の方法。

7. 濃縮塔を処理塔上に載置し、低沸点物を塔頂部を

介して留去し、中沸点物の含量に富んだL, M画分を側方流取出し口を介して取出す、請求項6記載の方法。

8. 処理塔を側方塔の塔底部と結合し、濃縮塔を側方塔の塔頂部と結合する、請求項7記載の方法。

9. ストリッピング/濃縮塔にL, M, H混合物の供給位置の高さで本質的に垂直方向の分離壁を装備させる、請求項7記載の方法。

10. L, M画分を濃縮部および駆出部を有する他の塔内で分離するかまたは中沸点物に対して濃縮させる、請求項1から9までのいずれか1項に記載の方法。

11. 塔内または濃縮塔内で取出された低沸点物を、場合によっては圧縮後に少なくとも部分的に再び塔の塔底部内に導入する、請求項1から10までのいずれ

か 1 項 に 記 載 の 方 法 。

1 2 . 熱 に 敏 感 な 中 沸 点 生 成 物 を 取 得 す る た め の 請 求 項 1 か ら 1 1 ま で の い ず れ

か 1 項 に 記 載 の 方 法 。

【発明の詳細な説明】

低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる混合物からの中沸点物の分離方法

本発明は、低沸点物および中沸点物を含有する画分ならびに低沸点物および高沸点物を含有する画分に分離される、低沸点物と中沸点物と高沸点物とからなる混合物から中沸点物を分離する方法に関する。

化学工業においては、しばしば低沸点物画分 (L) と中沸点物画分 (M) と高沸点物画分 (H) とからなる液状の多成分系物質混合物から中沸点物を純粋な形で分離しなければならないかまたは低沸点物の含量のみがなお混合されまま分離しなければならないという問題に直面する。

このことを達成するために、公知の蒸留法、例えばウルマンズ・エンサイクロペディア・オブ・インダストリアル・ケミストリー (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry)、第B3巻、第4～46頁以降に記載されているものを使用することができる。公知の蒸留法には、高沸点物を塔底を介して純粋な形で取出すかまたは場合によっては中沸点物の残留含分と一緒に取出し、中沸点物の分離を塔の塔頂部を介して、高沸点物の濃度およびその沸騰温度によって十分に定められる温度よりも低い温度で行なうということ

が共通している。更に、公知方法の場合には、低沸点物混合物および高沸点物混合物の同時の中沸点物を含まないような分離の場合に、低沸点物混合物および中沸点物混合物の共通した分離は、不可能である。しかし、多くの場合にこのことは、殊に低沸点物および高沸点物を共通にさらに利用 (販売、売却、廃棄) する場合には、望ましいことであろう。

上記の刊行物の第4～48頁には、低沸点物と中沸点物と高沸点物との混合物 (L, M, H混合物) からの中沸点物の分離のために側方カラムを使用することが記載されている。また、この場合も常に低沸点物および高沸点物の分離は、行なわれる。同様のことは、前述の刊行物中に記載された直接または間接的に結合されたカラムについても云えることである。これら全ての場合において、最終的に中沸点物は、蒸留により高沸点物と分離されなければならない、このことは、少なくとも中沸点物と等しくかつ極端な場合には、高沸点物の沸騰温度に近く、ひいて

は極めて高い沸騰温度を常に必要とする。このことは、殊に中沸点物と高沸点物との完全な分離を実現できる場合に当てはまる。熱的に僅かに不安定な物質の場合にも当該物質の分解または化学的変化（重合等）を生じうるような高い温度が発生しうる。前記の理由から、この種の分離には、しばしば費用のかかる蒸留法、例えば真空条件下で注意深く運転する蒸留法（薄膜蒸発器、分子ジェット蒸留等）が必要とされる。この蒸留法は、通過量が極めて僅かであるという欠点を有している。この結果、高い設備費および製造費をまねき、このことは、それ自体好ましい蒸留分離を経済的に実施することが不可能であるということを意味する。

更に、分離が困難な液体混合物を分離する特殊な方法は、公知である。特殊な方法は、安価でありかつ常用の別の方法を欠いていた場合にのみ当てはまる。しばしば、この方法は、熱的に制限されてのみ負荷可能な物質の場合、即ち沸点が分解温度を上廻るかまたはほぼ分解温度である場合に使用される。互いの混合不可能な成分を含有する混合物から難揮発性の成分を分離するための1つの公知方法は、キャリアガス蒸留法である。この方法は、互いの混合不可能な混合物において全ての物質が別のものが存在しないように挙動する、即ち全ての物質が一定の温度で、混合物の組成に依存せずに該当する物質の蒸気圧に等しい部分圧を有することに基づくものである。従って、この種の混合物に関する圧力は、単独成分の蒸気圧に等しい。このための1つの公知の例は、水／プロモベンゼン系である。この混合物は、95℃で沸騰し、他方、純粋な物質は、100℃（水）および156℃（プロモベンゼン）で沸騰する。キャリアガス蒸留は、相対的に高い沸点を有する互いに混合不可能な成分（例えば、グリセリン）と、既に沸点の達成前に分解するかまた

は重合する物質（脂肪酸）と、取扱いが極めて困難でありかつ沸点までの直接的な加熱が危険である物質（例えば、テルペン錫）との分離を生じる。

キャリアガス蒸留のための公知の例は、水蒸気蒸留であり、この場合水蒸気は、キャリアガスである。このキャリアガス蒸留は、例えば石油加工工業に

において吸収油からの低沸点炭化水素を除去するために、また石炭工業において石炭蒸留による炭素留分の水蒸気蒸留のために、またゴム工業の樹脂からのテルペン錫を分離するために、かつ調製有機化学において大規模に使用されている。水蒸気蒸留は、共沸蒸留または抽出蒸留の1つの特殊な実施形式であり、例えばこのことは、上記刊行物第4-50~4-52頁に記載されている。この方法の処理技術的効果は、補充物質（連行剤）の添加によって共沸点を克服し、ひいては共沸点を超えて望ましい濃度を達成することに基づいている。

前記の全ての方法は、付加的な処理工程により再び系から分離しなければならない添加剤（連行剤）を蒸留すべき系中に導入するという欠点を有している。

物質混合物から高沸点物を除去するためのもう1つの公知方法は、ストリッピングである。このストリッピングは、常に高沸点物もしくは中沸点物の強く希釈された溶液のみをストリッピング媒体中に生じ、それに応じて費用のかかる高価な分離法を必要とするとい

う欠点を有している。この方法は、一般に生成物の分離が相分離によって成功し、即ち物質混合物が混合の中断を有する場合にのみ経済的である。

従って、本発明は、中沸点物を分離するかまたは低沸点物と中沸点物とからなる画分を、低沸点物、中沸点物および高沸点物を含有する混合物から分離するための簡単で注意深い方法を提供するという課題に基づいている。

ところで、意外なことに、この課題は、記載された混合物を塔内で塔底物中で低沸点物の蒸気を用いて処理することにより解決されることが見い出された。

従って、本発明の対象は、低沸点物と中沸点物とを含有する画分（L,M画分）および低沸点物と高沸点物とを含有する画分（L,H画分）を、低沸点物と中沸点物と高沸点物とを含有する均質混合物（L,M,H混合物）から分離するための1つの方法であり、この方法は、L, M, H混合物を塔内で低沸点物の蒸気で処理し、かつL, M画分とL, H画分に分離することによって特徴付けられる。中沸点物は、低沸点物の蒸気中で含量が増大し、したがってL, M画分は、混合物の供給個所の上方で得ることができ、かつL, H画分は、塔底部で生じる。

分離すべき混合物の導出は、一般に直接に塔の塔頂部で行なわれる。特に、低

沸点物の蒸気での混合物の処理は、向流で、殊に低沸点物の蒸気を塔の塔底部中に導入するかまたは液状の低沸点物を塔底部中に供給しかつ煮沸させることによって行なわれる。塔に供給される低沸点物としては、通常、混合物中に存在するものと同じものが使用される。

低沸点物の蒸気での処理をストリップングカラム中に行なうことは、特に有利であることが判明した。このストリップングカラムは、常用の棚段塔、例えば泡鐘段塔または多孔板塔であることができるかまたは常用の充填物、例えばラッシュリング、パルリング (Pall ring)、サドル体等を備えていてもよく、かつ好ましくは5～100個の範囲内の理論段数を有している。分離の問題に応じて、棚段数は、100を上廻っていてもよい。

塔の塔底部内に低沸点物の蒸気を導入することによって、低沸点物の蒸気中の中沸点物の含量は、増大する。L、M画分の取得は、有利に導出棚段の高さまたはそれよりも上方で行なわれる。特に、L、M画分は、塔の塔頂部を介して取出される。

L、M画分は、低沸点物を一般に大過剰量ないし極めて大過剰量で含有する。従って、L、M画分を中沸点物の含量の増大のために濃縮部に供給することは、特に好ましい。このことは、例えばL、M画分を濃縮塔として使用される別の多段塔中に導入することによって行なわれ、この場合この濃縮塔中で低沸点物の分離が行なわれ、したがって中沸点物の含量に富んだL

、M画分またはむしろ純粋な中沸点物が得られる。

濃縮塔を別の蒸留塔として設けるかまたは濃縮塔を、低沸点物の蒸気で処理を行なう塔の上に載置しかつ低沸点物を塔頂部を介して留去することは、特に好ましい。含量の増大したL、M画分もしくは中沸点物は、塔の返送流の側方流取出し口を介して取出することができる。この場合、特に好ましくは、本質的に垂直方向に挿入された分離壁が使用される。この場合、分離すべき混合物の供給は、ストリップング濃縮塔のほぼ中央部で行なわれる。この供給口の高さで一般に1～10段目、特に1～5段目の理論段の高さに亘って分離壁は、塔が垂直方向に2

つの別々の区画に分離されるように塔内に取付けられ、この場合供給口は、分離壁のほぼ中央部に存在する。こうして、供給個所に対向する側で中沸点物の含量が増大した画分は、分離壁の範囲内で取出されることができる。取出し位置は、分離壁によって供給位置と区分される。分離壁の両側には、同じ濃度の中沸点物が存在するが、しかし、この場合には、供給位置の側でのみ混合物中の高沸点物が存在する。中沸点物の含量が増大された画分は、特にほぼ供給口の高さまたは場合によっては若干それよりも下方で取出される。

また、分離壁を有する場合の実施態様に対して、側方塔は、側方塔がそれぞれ1個またはそれ以上の分離段を供給個所の上方および下方でガス側および液体側

でストリッピング濃縮塔と結合されておりかつ中沸点物の含量に富んだ画分の取出しを側方塔を介して行なうようにストリッピング濃縮塔に取付けられていてもよい。側方塔は、側方塔の取出し口中への高沸点物の溢流が回避されるように形成されている。このために適当な方法は、当業者に公知である。

場合によっては、導出棚段上または蒸気取出し口内でなお液滴分離器（デミスターまたは別の常用の装置）は、液滴による高沸点物の連行を回避するように形成されている。

前記の濃縮塔を通じて中沸点物の含量が増大したL、M画分は、場合によっては濃縮部および駆出部を有する他の塔内で濃縮されることができるとまたは分離されることができる。

本発明による方法のもう1つの好ましい実施態様は、ストリッピング塔もしくはストリッピング蒸留塔の蒸気を、場合によっては圧縮後に公知方法で再び低沸点物または低沸点物の蒸気として処理塔の塔底部内に導入することにある。本発明による方法の場合には、直接的な加熱は低沸点物もしくは低沸点物の蒸気を用いて行なわれかつ蒸気の圧縮により塔上の差圧のみを克服しなければならないので、エネルギー消費および同時に冷却費は著しく減少させることができる。

処理塔および/または濃縮塔もしくは蒸留塔は、常圧、低圧または過圧で連続的または非連続的に運転さ

せることができる。勿論、この場合には、条件は、分離すべき混合物に左右され、かつ当業者によって常法で定めることができる。低沸点物の蒸気の温度が重要である場合には、この温度は、L、M画分が留去されかつL、H画分が塔の塔底部内で生じるような高さでなければならない。

本発明による方法は、簡単に実施することができかつ異質物質の添加を断念することができるという利点を有している。中沸点物の濃度は、全処理範囲に亘って僅かである。処理中、即ち塔中での滞留時間は、比較的短い。簡単な処理形成のために、僅かな投資のみが必要とされる。その上、この方法は、殆ど任意に規模を拡大することができる。

本発明による方法は、低沸点物、中沸点物および高沸点物を含有する混合物からのL、M画分もしくは中沸点物の極めて注意深い分離を低沸点物の沸騰温度の温度水準で可能にする。従って、この方法は、例えば分解または重合の傾向がある熱に敏感な中沸点物をできるだけ注意深くL、M、H混合物から分離することが必要である場合には、特に好ましい。この方法は、粗製混合物中に含有されている高沸点物が純粋な形または高い含量に富んだ形で高度に粘稠であり、固体として沈殿するかまたは高い濃度で化学的反應、例えば重合を生じる傾向にある場合には、特に好ましい。即ち、本発明による方法は、低沸点物が溶解された高沸点

物を取り出すことができることを保証する。それによって、溶液のみを取り扱わなければならない、即ち粘度の問題、固体の問題等は回避される。

本発明による方法は、熱に敏感な生成物の取得に特に好適である。そのための例は、次の通りである：

- － ヒドロキシルアミン塩の水溶液からのヒドロキシルアミン水溶液の取得、
- － 重合可能な化合物の取得、例えばスチレンの製造の際に生じる混合物からのスチレンの取得、
- － 塩素化炭化水素の取得、例えばジクロロエタンの製造の際に生じる混合物からのジクロロエタンの回収、
- － 空気でのシクロヘキサンの酸化またはアジピン酸の製造の際のストリッピン

グされた酸からのカルボン酸およびアルデヒドの回収、

－場合によってはなお高沸点物、有機化合物、塩（触媒）等を含む産業廃棄物からの有機酸およびアルデヒド、例えば酢酸、アクリル酸、メタクロレインまたはメタクリル酸の分離および

－アンモニアおよび高沸点物を含む混合物からのアミンの分離。

更に、本発明は、図1につき詳説される：

図1は、L，M，H混合物を分離するための塔を示し、この塔は、ストリッピング塔1を含み、このストリッピング塔上には、濃縮塔2が載置されている。分離

すべき混合物は、直接にストリッピング塔1の塔頂部に導かれる。この混合物との対向流で、低沸点物の蒸気Lは、ストリッピング塔1の塔底部内に導入される。この塔の塔底部で、L，H画分は取出され、他方、この塔の塔頂部で本質的に高沸点物不含のL，M画分が生じる。このL，M画分は、濃縮塔内で濃縮され、即ち中沸点物の含量が増大される。含量が増大されたL，M画分は、分離すべき混合物の供給位置の若干上方で取出される。濃縮塔の塔頂で、低沸点物は生じ、場合によっては凝縮され、かつ再使用に供給されることができる。これに対して、選択的に低沸点物は、直接的にかまたは圧縮後に再びストリッピング塔1の塔底部内に導入される。

次の実施例は、本発明を説明するものであるが、本発明は、これに限定されるものではない。

例1

ストリッピング塔を用いてのヒドロキシルアミン（HA）－アンモニウムスルフェート（As）溶液からのヒドロキシルアミン（HA）水溶液の取得

HA 218 g/lおよびAS 680 g/lを含む水溶液を300 ml/hでストリッピング塔の最上段に入れた。高さ2 m、直径35 mmのガラス製のストリッピング塔は、1.8 mの高さに亘ってガラス製の3 mmのラッシュリングで充填されていた。この塔の塔底部に蒸留水1000 ml/hを供給した。この塔は、40 kPaの

圧力下で立っていた。塔底部の温度は、84℃であった。塔の塔頂部を介して、供給量中の全HAの59.6%に相当するHA39.0g/hを有する塩不含のHA水溶液1000ml/hを留去した。塔の塔底部から、HA86.0g/lのHA含量を有する硫酸アンモニウム溶液300ml/hを取出した。これは、供給量中の全HAの39.4%に相当する。

塔中のHAの濃度は、最大で100g/lであった。塔内での液体量は、負荷量に応じて20～225mlであった。従って、塔内での液体の滞留時間は、1.5～10分間にすぎなかった。分解速度は、この僅かな濃度の際に短時間で僅かである。

他の試験は、次表中に記載されている。

第1表

HA/AS水溶液からのHA水溶液の分離

供給量 ml/h	HA-含量 g/l	H ₂ O/蒸気	圧力 kPa	塔頂部の温度 ℃	塔頂部を介して のHA量 g/l (%)	塔底部中のHA 量 g/l (%)
318	222	1156*	50.0	81.0	40.5 66.9	48.6 21.2
170	222	1060*	70.0	90.5	22.8 65.6	45.2 17.2
370	219	1475A	100.4	100.9	32.4 62.2	75.6 47.8
179	105.5	1530A	100.8	100.6	9.0 70.5	29.0 27.6
245	220.0	1530A	100.8	100.6	28.0 73.3	54.0 42.2
150	4	990A	100.8	100.0	0.4 68.1	0.8 15.7
150	5.6	990A	100.8	99.9	0.6 73.0	0.4 5.6
119	204	1063A	101.5	100.4	15.4 67.6	40.5 19.7

* 塔の塔底部をサーモスタットにより加熱した。

A 水を同時の塔底部の加熱時に過熱された蒸気として供給した。

例2

ストリッピング塔を用いてのHA/Na₂SO₄溶液からのHA水溶液の分離

HA11重量%およびNa₂SO₄23.6重量%を含有する例3からの水溶液を978g/hでストリッピング塔の最上段に入れた。高さ2m、直径50mmのENAMEL製のストリッピング塔は、ガラス製の5mmのラッシュヒリングで充填されていた。この塔は、常圧下で立っていた。塔の塔底部中に2.5パール（絶対）を有する蒸気を導入した。蒸気/供給量の比は、2.9:1であった。塔の塔底部

から、HA 1.7 g/lのHA含量を有する硫酸ナトリウム溶液 985 g/hを取出した。これは、供給量中の全HAの1%に相当した。塔の塔頂部を介して、供給量中の全HA 99.2%に相当する、HA 36.8 g/lを有する塩不含のHA水溶液 3593 g/hを留去した。

他の試験は、次表中に記載されている。

第2表：

HA/硫酸ナトリウム水溶液からのHA水溶液の分離

供給量 HA- 含量 g/h g/l	蒸気/供給量 kg/kg	圧力 kPa	頭頂部の温 度 °C	頭頂部を介して のHA量 g/l (%)	塔底部中のHA量 g/l (%)
945 135	2.6	200	125.4	34.0 84.0	7.8 17
970 136	2.7	101	106.3	35.5 96.2	3.3 2.5
980 80	2.8	101	107.0	2.1 95.5	0.45 5.7

例 3

ストリッピング蒸留塔を用いてのHA/硫酸ナトリウム水溶液からのHA水溶液の取得

HA 221 g/lおよびAS 540 g/lを含有する水溶液を202 ml/hで直径35 mm、全高1.6 m、21段の棚段（最下段＝1段目の棚段）を有するガラス製の泡鐘段塔の11段目の棚段上に入れた。塔の塔底部に水蒸気1300 ml/h（約125℃）を供給した。塔内の圧力は99 kPaであった。塔の塔頂部から99.8℃の塔頂部温度および1:3の返送比（返送量：供給量）で十分にHA不含の水180 ml/h (HA 0.06 g/l)を取出した。HA水溶液（生成物溶液）を1180 ml/hおよび44 g/lの濃度で12段目の棚段の側方流を介して取出した。塔の塔底部から、塩溶液400 ml/hを取出した。

例 4

側方の取出し口を介して濃縮しながらのストリッピング蒸留カラムを用いてのHA/硫酸ナトリウム水溶液からのHA水溶液の取得

HA 11重量%およびNa₂SO₄ 23.6重量%を含有する例3に記載のHA水溶液を、直径50 mm（30段の理論的棚段に相当する棚段数）を有するガラス製の泡鐘段塔の11段目の棚段上に入れた。塔の塔底部に水蒸気、2.5 パール

絶対、温度約125℃、を供給した。塔内の圧力は101kPaであった。塔の

塔頂部から十分にHA不含の水(HA0.05g/l)を取出した。塩不含のHA水溶液(生成物溶液)を8.3重量%の濃度で12段目の棚段の側方流を介して液状で取出した。塔の塔底部から、0.2重量%のHAの残留含量を有する塩溶液を取出した。

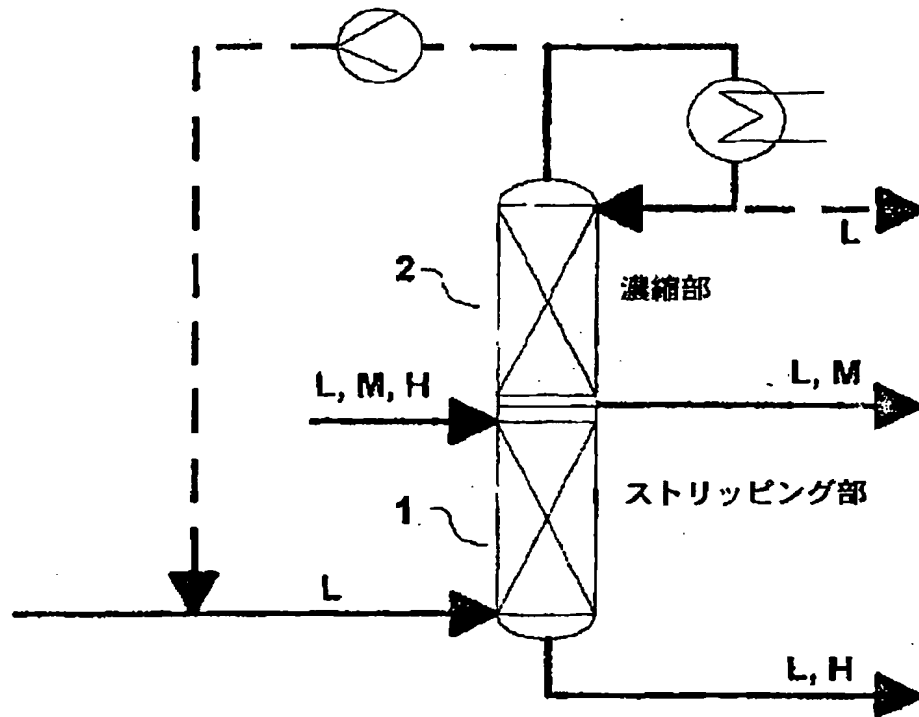
例 5

蒸留による塩不含のヒドロキシルアミン水溶液の濃縮

直径50mm、30段の泡鐘段を有するガラス製泡鐘段塔中で、連続的に8段目の棚段上に8.3重量%の塩不含の安定化されたヒドロキシルアミン水溶液1600g/hを供給した。最上段の棚段、30番目の棚段上で、ヒドロキシルアミン溶液に溶解された微量の安定剤を付加的に塔内に供給した。返送比を、0.5に調節した。塔の塔頂部を介して、水を留去した。留出物は、なお0.07重量%のヒドロキシルアミンの残存量を含有していた。塔の塔底部から、50重量%のヒドロキシルアミン溶液約240ml/hをポンプを介して搬出した。

【 図 1 】

Figur 1:



【 国 際 調 査 報 告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 96/05772

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC 6 C01B21/14 B01D3/38 B01D1/28		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC 6 C01B B01D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 27 30 561 A (USS ENG & CONSULT) 19 January 1978 see page 15, paragraph 2 - page 18, paragraph 1; figures 1,2 ---	1-5
X	DE 43 24 410 C (ENVIRO CONSULT INGENIEURGESELL) 4 August 1994 see column 3, line 32 - line 66; figure 2 ---	1-5
A	US 5 385 646 A (HOLIDAY ALLAN D) 31 January 1995 see the whole document ---	6-10
A	EP 0 339 700 A (METALLGESELLSCHAFT AG) 2 November 1989 ---	1-12
	-/-	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document but published on or after the international filing date "I" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
25 April 1997		26.05.97
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-2016		Authorized officer Zaim, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter- national Application No
PC1/EP 96/05772

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	R. PERRY: "PERRY'S CHEMICAL ENGINEERS' HANDBOOK" 1985, MC GRAW-HILL, NEW YORK (US) XP002030269 see page 13-5 - page 13-10; figures 13-7G ---	
A	W. GERHARTZ: "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Band B3" 1988, VCH-VERLAG, WEINHEIM (DE) XP002030270 cited in the application see page 4-46 - page 4-50 ---	
A	US 5 472 679 A (LEVINTHAL MICHAEL L ET AL) 5 December 1995 -----	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 96/05772

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 2730561 A	19-01-78	US 4111759 A	05-09-78
		AU 517916 B	03-09-81
		AU 2653277 A	04-01-79
		BR 7704417 A	18-07-78
		CA 1092052 A	23-12-80
		GB 1586251 A	18-03-81
		JP 53028074 A	15-03-78
		SE 429646 B	19-09-83
		SE 7707833 A	09-01-78
DE 4324410 C	04-08-94	NONE	
US 5385646 A	31-01-95	WO 9611732 A	25-04-96
		CA 2127824 A	04-03-95
		US 5498317 A	12-03-96
		AU 1127495 A	06-05-96
EP 0339700 A	02-11-89	DE 3814255 A	09-11-89
		JP 1317504 A	22-12-89
		US 4929311 A	29-05-90
US 5472679 A	05-12-95	US 5266290 A	30-11-93
		EP 0603382 A	29-06-94
		JP 6510517 T	24-11-94
		WO 9401362 A	20-01-94

フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, L
U, MC, NL, PT, SE), AU, BR, CA, C
N, IL, JP, KR, MX, NO, TR, US